

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-134635

(43)Date of publication of application : 28.05.1996

(51)Int.Cl.

C23C 14/24

C22C 14/00

C23C 14/32

C23C 14/34

(21)Application number : 06-280860

(22)Date of filing : 15.11.1994

(71)Applicant : KOBE STEEL LTD

(72)Inventor : MACHIDA MASAHIRO

YAMADA YASUYUKI

TANAKA YUSUKE

WADA YASUNORI

YOSHIKAWA KAZUO

UCHIDA HIROYUKI

KOGA YASUYUKI

ONISHI TAJI

(54) ALUMINUM-TITANIUM ALLOY TARGET MATERIA FOR DRY-PROCESS VAPOR DEPOSITION

(57)Abstract:

PURPOSE: To develop a target to be used when an Al-Ti alloy thin film excellent in resistance to waer and oxidation is formed by dry-process vapor deposition, etc., by mixing an Al powder and a Ti powder in a specified ratio and forming the mixture by hot isostatic pressing.

CONSTITUTION: A target having a composition of AlTi1-X (where $0.3 \leq X \leq 0.7$) is produced by mixing fine-powder Al and Ti and forming the mixture by hot isostatic pressing. This target is used when the thin film of Al-Ti alloy excellent in resistance to wear and oxidation is formed on the surface of cutting tools, sliding parts, etc., by dry-process vapor deposition such as vacuum deposition and arc ion plating. The impurities in the target consist of $<0.3\% \text{ O}_2$, $<0.05\% \text{ H}_2$, $<0.2\% \text{ Cl}_2$, $<0.005\% \text{ Cu}$, $<0.3\% \text{ Mg}$, $<0.5\% \text{ Fe}$ and $<0.5\% \text{ Mn}$, and the target has 99.0-100% relative density. A communicating hole having $\geq 0.3\text{mm}$ radius is not found in the region from the surface to bottom, and the target has a stabilized discharge characteristic and a long service life.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

20.06.1996

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

2901049

[Date of registration]

19.03.1999

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C): 1998,2000 Japan Patent Office

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] aluminum-Ti alloy target material for dry-process vacuum evaporation characterized by being the aluminum-Ti alloy target material used for dry-process vacuum evaporation, and for a relative density being 99.0 - 100%, and being a thing without the defect which continues from a front face to a base.

[Claim 2] aluminum-Ti alloy target material according to claim 1 shown by $Al_x Ti_{1-x}$ ($0.3 \leq x \leq 0.75$).

[Claim 3] aluminum-Ti alloy target material according to claim 1 or 2 each content of whose of the oxygen as an impurity, hydrogen, and chlorine is 0.3 or less % of the weight, 0.05 % of the weight or less, and 0.2 % of the weight or less, respectively.

[Claim 4] aluminum-Ti alloy target material according to claim 1 to 3 each content of whose of the copper as an impurity and **** is 0.05 or less % of the weight and 0.03 % of the weight or less, respectively.

[Claim 5] aluminum-Ti alloy target material according to claim 1 to 4 each of each contents of whose of the iron as an impurity and manganese is 0.5 or less % of the weight.

[Claim 6] aluminum-Ti alloy target material according to claim 1 to 5 which is that in which a hole with a radius of 0.3mm or more does not exist.

[Claim 7] aluminum-Ti alloy target material according to claim 1 to 6 which is what is used for a vacuum deposition method, the sputtering method, or the ion-plating method.

[Claim 8] aluminum-Ti alloy target material according to claim 1 to 7 manufactured by the hydrostatic-pressure pressure treatment between heat.

[Translation done.]

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] In case this invention coats the aluminum-Ti alloy system thin film abrasion resistance, oxidation resistance, etc. excelled [thin film] in front faces, such as a cutting tool and a moving part, by the so-called dry-process vacuum evaporation, such as a vacuum deposition method, the sputtering method, or the ion-plating method, it relates to the aluminum-Ti alloy target material used as an evaporation source.

[0002]

[Description of the Prior Art] It is common to use aluminum-Ti alloy target material for front faces, such as a cutting tool and a moving part, and to apply the various above-mentioned dry-process vacuum evaporation to them as an evaporation source, in order to coat the aluminum-Ti alloy system thin film (a nitride and a charcoal nitride are included) excellent in abrasion resistance, oxidation resistance, etc.

[0003] And in order to give the above functions effectively to a cutting tool, a moving part, etc., unusual electric discharge does not occur in the above-mentioned aluminum-Ti alloy target material at the time of membrane formation, but the property that membranes can be formed efficiently is required of it. However, it is the actual condition which is hard to be referred to as that the aluminum-Ti alloy target material proposed until now has fully satisfied the above-mentioned demand property. Moreover, by not obtaining the stable electric discharge, the life was also short. From such a thing, when using the conventional aluminum-Ti alloy target material, it was obliged for bonding to be carried out to a copper base (back up plate), and to be used for it from the viewpoint of preventing occurrence of the unusual electric discharge at the time of membrane formation.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] this invention is made paying attention to such a situation, the electric discharge property stabilized by the purpose is acquired, and it is in being able to form membranes efficiently and offering long lasting aluminum-Ti alloy target material.

[0005]

[Means for Solving the Problem] It has a summary at the point which this invention which could attain the above-mentioned purpose is Ti-aluminum alloy target material used for dry-process vacuum evaporation, and a relative density is 99.0 - 100%, and is a thing without the defect which continues from a front face to a base. In the above-mentioned aluminum-Ti alloy target material, it is desirable that it is what is shown by $Al_x Ti_{1-x}$ ($0.3 \leq x \leq 0.75$).

[0006] In the above-mentioned aluminum-Ti alloy target material moreover, in chemical composition (a) Each content of the oxygen as an impurity, hydrogen, and chlorine is 0.3 or less % of the weight, 0.05 % of the weight or less, and 0.2 % of the weight or less, respectively, (b) It is desirable that each of each contents of the iron as that each content of the copper as an impurity and **** is 0.05 or less % of the weight and 0.03 % of the weight or less, respectively and a (c) impurity and manganese satisfies requirements, such as to be 0.5 or less % of the weight.

[0007] Although it considers like the above that the aluminum-Ti alloy target material of this invention does not have the defect which a relative density is 99.0 - 100% (that is, the rate of a hole 1.0 - 0%), and continues from a front face to a base as a fundamental configuration, if it carries out from the viewpoint of raising the demand property further, it is desirable that it is that in which a hole with a radius of 0.3mm or more does not exist.

[0008] On the other hand, the aluminum-Ti alloy target material of this invention is used for various dry-process vacuum evaporation, such as a vacuum deposition method, the sputtering method, or the ion-plating method. In addition, it is the most effective these to strike and to apply to especially the arc ion-plating method. Moreover, the aluminum-Ti alloy target material of this invention can be manufactured by the hydrostatic-pressure pressure treatment between heat.

[0009]

[Function] This invention persons inquired from various angles that the above-mentioned purpose should be attained. Consequently, rather than the conventional target material, moreover, the stable electric discharge property was acquired and membranes could be formed efficiently, and the wear speed of target material of the aluminum-Ti alloy target material which does not have the defect which a relative density is 99% or more (that is, the rate of a hole 1% or less), and continues from a front face to a base was also uniform, and it was small, it found out that a longevity life could be attained and completed this invention.

[0010] In the aluminum-Ti alloy target material of this invention, it is required for there to be no defect which a relative density is 99% or more, and follows from a front face to a base like the above. If a relative density becomes less than 99%, since **** fractions, such as a micropore, will appear in target material and this will wear down quickly locally, a bias occurs for a vaporization component and, moreover, target material becomes a short life. Moreover, the defect which continues from a front face to a base causes an on-the-strength degradation of target material, and it not only becomes the origin of rapid local wear similarly, but causes a crack and a defect.

[0011] As for the aluminum-Ti alloy target material of this invention, it is desirable that it is what is shown by $Al_x Ti_{1-x}$ ($0.3 \leq x \leq 0.75$). That is, when it faces using the aluminum-Ti alloy target material of this invention, and forming a nitride and a charcoal nitride and the target material of the above-mentioned composition is used, membranous hardness becomes higher than TiN layer, abrasion resistance improves and the predominance which uses aluminum-Ti alloy target material becomes clear. Moreover, considering such a viewpoint, the still desirable domain of composition (namely, the domain of x) of aluminum-Ti alloy target material is $0.45 \leq x \leq 0.65$.

[0012] Impurities, such as oxygen, hydrogen, chlorine, copper, magnesium, iron, and manganese, are contained in the aluminum-Ti alloy target material of this invention unescapable from a raw material from the ambient atmosphere at the

time of a manufacture. Among these, as for each content of oxygen, hydrogen, and chlorine, it is desirable that they are 0.3 or less % of the weight, 0.05 % of the weight or less, and 0.2 % of the weight or less, respectively. It generates suddenly from target material and the electric discharge status is made unstable, and when the worst, it makes the target material itself damaged as gas at least, when more either than these above-mentioned values is contained. [0013] Moreover, as for each content of copper and magnesium, it is desirable that they are 0.05 or less % of the weight and 0.03 % of the weight or less, respectively. That is, since vapor pressure tends to evaporate these metallic elements highly rather than Ti, if they are contained, they will be gasified inside target material at the time of a target material manufacture, will form a defect, and will worsen an electric discharge property. [than the above-mentioned value] more]

[0014] Furthermore, as for each of each contents of iron and manganese, it is desirable that it is 0.5 or less % of the weight. If the content of iron or manganese exceeds 0.5 % of the weight, either or both amount of compounds increases, and since aluminum titanium, the electrical conductivity, the melting point, etc. which are a matrix differ from each other, this compound will make the electric discharge status unstable.

[0015] Each above-mentioned impurity is reduced as much as possible, and meanses, such as a vacuum melting of raw material powder, and combination, mixture of the raw material powder in the pure ambient atmosphere, are mentioned, for example as a concrete means for considering as within the limits specified above.

[0016] Although it considers like the above that the aluminum-Ti alloy target material of this invention does not have the defect which a relative density is 99.0 - 100% (that is, the rate of a hole 1.0 - 0%), and continues from a front face to a base as a fundamental configuration, if it carries out from the viewpoint of raising the demand property further, it is desirable that it is that in which a hole with a radius of 0.3mm or more does not exist. That is, the hole with a radius of 0.5mm or more found that electric discharge does not come to stop and ** also became unstable, when the hole with a radius of 0.3mm or more existed according to the place which this invention persons examined, although stopping at least one electric discharge was known.

[0017] In addition, in the target material of this invention, it is desirable that composition is uniform as much as possible, and it is desirable that dispersion on composition is also within 0.5 atom %, considering such a viewpoint. In relation to the homogeneity of a matrix, as for the fraction of uneven composition, electrical conductivity differs from the melting point etc. like the above, and dispersion in this composition makes the electric discharge status unstable.

[0018] Especially although the aluminum-Ti alloy target material of this invention is applicable to various kinds of dry-process vacuum depositions, such as a vacuum deposition method, the sputtering method, or the ion-plating method, like the above-mentioned, it is the optimum as an object for arc ion platings. That is, by the aluminum-Ti alloy target material of this invention, if an uneven fraction which was described previously exists in a target, although a target life will vary greatly and will become the cause of a cost rise of this in the arc ion plating for which high current density is used, even if it uses for the arc ion-plating method, it is long lasting and dispersion in a life also becomes a parvus thing. In addition, it is the meaning also containing the so-called reactive-sputtering method which the target matter and spatter gas (reactant gas) are made to react, and forms the compound of the target matter and spatter gas constituents as a describing [above] sputtering method. Therefore, the coat formed using the aluminum-Ti alloy target of this invention is the meaning also containing the nitride formed, using nitrogen (N₂), methane (CH₄), etc. as spatter gas, or a charcoal nitride, as shown also in the after-mentioned example.

[0019] By the way, in manufacturing the aluminum-Ti alloy target material of this invention, a quantitative ratio, particle size, etc. can be adjusted pertinently, for example, aluminum powder and Ti powder can be uniformly mixed by the V type mixer, and it can consider as mixed powder, and can manufacture by performing hydrostatic-pressure pressure treatment between heat (HIP processing) to this. Although it was common to have carried out HIP processing in the former after carrying out hotpress processing (HP processing) after carrying out hydrostatic-pressure pressure treatment between the colds (CIP processing) as mentioned above using mixed powder or carrying out CIP processing, in order to manufacture target material with powder-metallurgy processing, by such technique, composition was not able to become uneven and high-density target material was not able to be obtained. However, the target material of the property for which it wishes is obtained by adopting the above technique by HIP. As such technique, the technique for which it applied previously, for example by the same applicant is mentioned (patent application on October 17, Heisei 6 : "the manufacture technique of Ti-aluminum alloy target material"). For this technique, a bellow-cross-parallel capsule is filled up with this, using as a raw material what mixed Ti powder of 100 or less meshes, and aluminum powder of 240 or less meshes, temperature is 500-600 degrees C, and a pressure is 700kgf/cm². HIP processing is carried out the above condition. However, in this invention, it is not limited to the above-mentioned technique about the technique of manufacturing target material, and even if it is other technique, such as an extra-high voltage hot pressing, the target material which satisfies the requirements specified by this invention can be manufactured. In addition, although powder-metallurgy processing, a solution process, etc. using the powder alloyed beforehand besides [which manufactures aluminum-Ti alloy target material] the above-mentioned powder-metallurgy processing using mixed powder as technique as a raw material are known By the former technique, although the homogeneity of composition is excellent, since it is a difficulty degree of sintering, a high-density target is hard to be obtained. by the latter technique Although there is an advantage that the target material with comparatively uniform composition is obtained, it is easy to generate a crack and a shrinkage cavity at the time of the freezing, and the target material which satisfies the requirements which specify all by this invention cannot be obtained.

[0020]

[Example] Next, although an example is shown, of course, it is also possible for this invention to add and carry out change suitably [in the domain which does not receive a limit according to the following example and may suit the meaning of the account of order] from the first, and each of they is contained in the technical domain of this invention.

[0021] Specified quantity mixture of aluminum powder of 1240 or less meshes of examples and the Ti powder of 100 or less meshes is carried out, and they are 550 degrees C and 800kgf/cm² <SUP>2. The aluminum-Ti alloy target material from which HIP processing is carried out by the pressure, and composition is different was created. In order to investigate the electric discharge property of the obtained target material, it fabricated to outer-diameter:254mmx thickness:5mm target material, and the reactive sputtering system was equipped. While put in a silicon wafer as a substrate in equipment at this time, and vacuum length is carried out to 1x10⁻⁶Torr, and Ar gas is introduced, it considers as the ambient atmosphere of 1x10⁻³Torr and sputtering of the various targets shown in the following table 1 is carried out in 800W, it is N₂ as reactant gas. Gas was introduced, it considered as the ambient atmosphere of 5x10⁻³Torr, and 3 micrometers of the coats of the composition shown in Table 1 In addition, composition of a coat was

searched for by electronic ***** X-ray microanalysis and the Auger electron spectroscopy. The electric discharge status when using each target material is shown in Table 1 with the abrasion resistance of composition of target material, a relative density, coat composition, a membrane formation speed, and a coat etc.

[0022]

Table 1

No.	ターゲット組成	相対密度 (%)	放電状態	皮膜組成	成膜速度 (Å/sec)	耐摩耗性	備考
1	Al _{0.5} Ti _{0.5}	99.8	良好	(Al _{0.58} Ti _{0.42}) N	16	○	実施例
2	Al _{0.5} Ti _{0.5}	99.2	良好	(Al _{0.59} Ti _{0.41}) N	14	○	実施例
3	Al _{0.45} Ti _{0.55}	99.2	良好	(Al _{0.56} Ti _{0.44}) N	13	○	実施例
4	Al _{0.65} Ti _{0.35}	99.2	良好	(Al _{0.69} Ti _{0.31}) N	15	○	実施例
5	Al _{0.7} Ti _{0.3}	99.5	良好	(Al _{0.72} Ti _{0.28}) N	18	○	実施例
6	Al _{0.3} Ti _{0.7}	99.7	良好	(Al _{0.40} Ti _{0.60}) N	12	○	実施例
7	Al _{0.2} Ti _{0.8}	99.6	良好	(Al _{0.25} Ti _{0.75}) N	11	△	実施例
8	Al _{0.75} Ti _{0.25}	99.8	良好	(Al _{0.80} Ti _{0.20}) N	19	△	実施例
9	Al _{0.5} Ti _{0.5}	98.8	不均	(Al _{0.76} Ti _{0.24}) N	—	△	比較例
10	Al _{0.7} Ti _{0.3}	98.8	不均	(Al _{0.85} Ti _{0.15}) N	3	△	比較例
11	Al _{0.5} Ti _{0.5}	90.3	絶縁不可	—	—	—	比較例

[0023] When electric discharge is uneven when a relative density uses less than 99.0% of target material (No.9-11) or the target material (No.1-8) which satisfies the requirements which also specify a gap of composition by this invention to large one uncontinuable is used so that clearly from Table 1, it turns out that an electric discharge property is good and a composition gap is also as small as less than 20%.

[0024] In order to create target material by the same technique as example 2 example 1 and to investigate the electric discharge property of the obtained target material, by outer-diameter:60mmx thickness:20mm, the target material prepared by brazing of a copper back up plate that target material starts shaving the outer-diameter:70mmx thickness:2mm flange for fixation on a base was manufactured, and the water-cooled cathode of an arc discharge method ion plating system was equipped. After putting in a silicon wafer as a substrate in equipment at this time, carrying out vacuum length to 5x10⁻⁷Torr and heating at 400 degrees C, while the various targets shown in the following table 2 are evaporated in arc current:150A It is N₂ as reactant gas. Gas, or N₂ / CH₄ Mixed gas was introduced and it considered as the ambient atmosphere of 7x10⁻³Torr, and the potential of -150V was impressed to the substrate and membranes were formed. In addition, when composition of a coat was searched for by electronic ***** X-ray microanalysis and the Auger electron spectroscopy, all suited within the limits of composition of target material, and **1 atom %. The electric discharge status when using each target material is shown in Table 2 with the abrasion resistance of composition of target material, a relative density, the existence of a back up plate, the modality of reactant gas, a membrane formation speed, and a coat etc.

[0025]

Table 2

No.	ターゲット組成	相対密度 (%)	バックアッププレート	放電状態	反応ガス	成膜速度 (Å/sec)	耐摩耗性	備考
1	Al _{0.5} Ti _{0.5}	99.8	無	良好	N ₂	25	○	実施例
2	Al _{0.5} Ti _{0.5}	99.2	無	良好	N ₂ / CH ₄	25	○	実施例
3	Al _{0.7} Ti _{0.3}	99.5	無	良好	N ₂	28	○	実施例
4	Al _{0.3} Ti _{0.7}	99.7	無	良好	N ₂ / CH ₄	24	○	実施例
5	Al _{0.5} Ti _{0.4}	99.5	無	良好	N ₂	28	○	実施例
6	Al _{0.8} Ti _{0.2}	99.5	無	良好	N ₂	23	△	実施例
7	Al _{0.5} Ti _{0.5}	98.8	無	連続した欠陥によって使用不可	—	—	—	比較例
8	Al _{0.5} Ti _{0.5}	98.8	有	不均	N ₂	9	—	比較例
9	Al _{0.5} Ti _{0.5}	90.3	有	不均	N ₂	7	—	比較例

[0026] When electric discharge is uneven when a relative density uses less than 99.0% of target material (No.7-9) or the target material (No.1-6) which satisfies the requirements specified by this invention is used to the ability not to use it so that clearly from Table 2, it turns out that an electric discharge property is good and a membrane formation speed is also as high as more than 20**/sec.

[0027] In order to investigate the influence of example 3 various impurities, the target material which changed the amount of each impurity was created by the same technique as an example 1, and the electric discharge property of the obtained target material was investigated. this -- ** -- the reactant gas to cut ***** -- N2 Except introducing only gas, it is the same conditions as an example 2, and the arc discharge method ion plating was carried out. The electric discharge status when using each target material is shown in the following tables 3-5 with composition of target material. In addition, the following table 3 shows a result when Table 4 adjusts copper and ***** and Table 5 adjusts iron and manganese for the amount of oxygen, hydrogen, and chlorine, respectively. Moreover, the relative density of each of each target material used at this time is 99% or more of a thing.

[0028]

[Table 3]

No.	ターゲット組成 (重量%)							放電特性
	Al	Ti	H	O	Cl	Fe	Mn	
1	40.73	57.39	0.03	0.45	0.05	0.30	0.44	良好
2	56.22	42.80	0.04	0.22	0.14	0.24	0.44	良好
3	15.88	79.01	1.01	0.37	0.20	1.35	0.18	良好
4	45.54	53.91	1.02	0.18	0.03	0.32	0.08	良好
5	35.09	64.16	0.03	0.51	0.02	1.19	0.00	やや不均
6	56.31	42.85	0.06	0.28	0.15	0.26	0.05	やや不均
7	19.24	79.68	0.02	0.31	1.22	0.18	0.25	やや不均
8	46.40	52.62	0.05	0.02	1.03	0.04	0.23	少し傾斜あり

[0029]

[Table 4]

No.	ターゲット組成 (重量%)									放電特性
	Al	Ti	H	O	Cl	Mg	Cu	Fe	Mn	
1	35.79	63.54	0.00	0.05	0.03	0.022	0.032	0.39	0.10	良好
2	35.76	63.48	0.03	0.35	0.10	0.010	0.014	0.05	0.21	良好
3	56.12	42.71	0.05	0.30	0.11	0.008	0.041	0.39	0.28	良好
4	56.00	42.61	0.01	0.32	0.15	0.029	0.042	0.44	0.40	良好
5	19.20	79.56	0.04	0.41	0.03	0.025	0.029	0.21	0.49	良好
6	19.30	79.96	0.01	0.37	0.07	0.030	0.010	0.48	0.07	良好
7	45.26	53.57	0.02	0.41	0.19	0.007	0.007	0.19	0.34	良好
8	45.45	53.80	0.00	0.39	0.12	0.007	0.045	0.03	0.16	良好
9	35.77	63.51	0.04	0.34	0.03	0.039	0.036	0.20	0.23	やや不均
10	35.65	63.29	0.04	0.33	0.16	0.018	0.052	0.17	0.27	やや不均
11	56.07	42.65	0.01	0.47	0.03	0.055	0.015	0.36	0.34	やや不均
12	56.27	42.81	0.03	0.31	0.14	0.007	0.073	0.34	0.02	やや不均
13	19.40	80.38	0.03	0.06	0.04	0.031	0.017	0.03	0.01	やや不均
14	19.23	79.67	0.02	0.17	0.03	0.012	0.075	0.34	0.45	やや不均
15	45.21	53.50	0.05	0.41	0.13	0.056	0.008	0.43	0.21	やや不均
16	45.46	53.81	0.01	0.06	0.16	0.018	0.057	0.35	0.38	やや不均

[0030]

[Table 5]

No.	ターゲット組成 (重量%)									放電特性
	Al	Ti	H	O	Cl	Mg	Cu	Fe	Mn	
1	35.79	53.54	0.00	0.05	0.08	0.022	0.032	0.39	0.10	良好
2	35.76	53.48	0.03	0.35	0.10	0.010	0.014	0.05	0.21	良好
3	56.12	42.71	0.05	0.30	0.11	0.008	0.041	0.39	0.28	良好
4	56.00	42.61	0.01	0.32	0.13	0.029	0.042	0.44	0.40	良好
5	19.20	79.56	0.04	0.41	0.03	0.025	0.029	0.21	0.49	良好
6	19.30	79.96	0.01	0.07	0.07	0.030	0.019	0.48	0.07	良好
7	45.26	53.57	0.02	0.41	0.19	0.007	0.007	0.19	0.34	良好
8	45.45	53.80	0.00	0.39	0.12	0.007	0.045	0.03	0.16	良好
9	35.44	52.93	0.01	0.46	0.16	0.050	0.030	0.22	0.70	やや不均一
10	35.57	53.16	0.04	0.12	0.19	0.007	0.051	0.51	0.34	やや不均一
11	56.07	42.66	0.03	0.27	0.13	0.042	0.022	0.21	0.56	やや不均一
12	56.20	42.76	0.00	0.10	0.13	0.019	0.059	0.52	0.21	やや不均一
13	19.19	79.48	0.00	0.22	0.18	0.056	0.033	0.33	0.51	やや不均一
14	19.20	79.54	0.01	0.12	0.09	0.018	0.077	0.68	0.27	やや不均一
15	44.80	53.04	0.02	0.43	0.12	0.049	0.028	0.49	1.03	やや不均一
16	45.27	53.58	0.04	0.20	0.01	0.021	0.051	0.60	0.22	やや不均一

[0031] When making the electric discharge property of target material good, it turns out that it is very effective to reduce the various above-mentioned impurities pertinently, so that clearly from these results.

[0032]

[Effect of the Invention] this invention is constituted as mentioned above, the stable electric discharge property is acquired, and the aluminum-Ti alloy target which can form membranes efficiently has been realized. Moreover, this target material will become long [the life] with the above-mentioned property.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

第2901049号

(45) 発行日 平成11年(1999) 6月2日

(24) 登録日 平成11年(1999) 3月19日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 2 3 C 14/24
14/32

C 2 3 C 14/24
14/32

E
A

請求項の数 5 (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平6-280860

(22) 出願日 平成6年(1994)11月15日

(65) 公開番号 特開平8-134635

(43) 公開日 平成8年(1996)5月28日

審査請求日 平成8年(1996)6月20日

(73) 特許権者 000001199

株式会社神戸製鋼所

兵庫県神戸市中央区臨浜町1丁目3番18号

(73) 特許権者 596091392

神鋼コベルコツール株式会社

兵庫県明石市魚住町金ヶ崎西大池179-1

(72) 発明者 町田 正弘

兵庫県明石市魚住町金ヶ崎西大池179番1 株式会社神戸製鋼所 明石工場内

(72) 発明者 山田 保之

兵庫県明石市魚住町金ヶ崎西大池179番1 株式会社神戸製鋼所 明石工場内

(74) 代理人 弁理士 小谷 悦司 (外2名)

審査官 三宅 正之

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アークイオンプレーティング用Al-Ti合金ターゲット材

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】 アークイオンプレーティングに用いられるAl-Ti合金ターゲット材であって、相対密度が99.0～100%であり、且つ表面から底面まで連続する欠陥がないものであることを特徴とするアークイオンプレーティング用Al-Ti合金ターゲット材。

【請求項2】 $Al_x Ti_{1-x}$ ($0.3 \leq x \leq 0.7$) で示される請求項1に記載のAl-Ti合金ターゲット材。

【請求項3】 不純物としての酸素、水素および塩素の各含有量が、夫々0.3重量%以下、0.05重量%以下、0.2重量%以下である請求項1または2に記載のAl-Ti合金ターゲット材。

【請求項4】 半径0.3mm以上の空孔が存在しないものである請求項1～3のいずれかに記載のAl-Ti

合金ターゲット材。

【請求項5】 熱間静水圧加圧処理によって製造されたものである請求項1～4のいずれかに記載のAl-Ti合金ターゲット材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、アークイオンプレーティング法によって、切削工具や摺動部品等の表面に、耐摩耗性や耐酸化性等が優れたAl-Ti合金系薄膜をコーティングする際に蒸発源として使用されるAl-Ti合金ターゲット材に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 切削工具や摺動部品等の表面に、耐摩耗性や耐酸化性等が優れたAl-Ti合金系薄膜(窒化膜や炭窒化膜を含む)をコーティングするには、蒸発源と

してAl-Ti合金ターゲット材を使用し、上記アークイオンプレーティング法を適用するのが、一般的である。

【0003】そして、切削工具や摺動部品等上記の様な機能を効果的に付与するには、上記のAl-Ti合金ターゲット材には、成膜時に異常放電が発生せず、効率良く成膜することができるという特性が要求される。しかしながら、これまで提案されているAl-Ti合金ターゲット材は、上記の要求特性を十分に満足しているとは言いがたいのが実情である。また安定した放電が得られないことによって、その寿命も短いものであった。こうしたことから、従来のAl-Ti合金ターゲット材を使用する際には、成膜時の異常放電の発生を防止するという観点から、銅基盤（パッキングプレート）にボンディングされて使用されることが余儀無くされていた。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明はこうした事情に着目してなされたものであって、その目的は、安定した放電特性が得られ、効率良く成膜することができ、且つ長寿命のアークイオンプレーティング用Al-Ti合金ターゲット材を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成し得た本発明とは、アークイオンプレーティングに用いられるTi-Al合金ターゲット材であって、相対密度が99.0~100%であり、且つ表面から底面まで連続する欠陥がないものである点に要旨を有するものである。

【0006】上記Al-Ti合金ターゲット材において、 $Al_x Ti_{1-x}$ ($0.3 \leq x \leq 0.75$) で示されるものであることが好ましい。また上記Al-Ti合金ターゲット材において、化学成分的には、不純物としての酸素、水素および塩素の各含有量が、夫々0.3重量%以下、0.05重量%以下、0.2重量%以下であるという要件を満足することが好ましい。

【0007】本発明のAl-Ti合金ターゲット材は、上記の如く相対密度が99.0~100%（即ち、空孔率が1.0~0%）であり、且つ表面から底面まで連続する欠陥がないことを基本的な構成とするものであるが、その要求特性を更に向上させるという観点からすれば、半径0.3mm以上の空孔が存在しないものであることが好ましい。

【0008】一方、本発明のAl-Ti合金ターゲット材は、熱間静水圧加圧処理によって製造することができる。

【0009】

【作用】本発明者らは、上記の目的を達成すべく、様々な角度から検討した。その結果、相対密度が99%以上（即ち、空孔率が1%以下）であり、且つ表面から底面まで連続する欠陥がない様なAl-Ti合金ターゲット材は、従来のターゲット材よりも、安定した放電特性が

得られ、効率良く成膜することができ、しかもターゲット材の減耗速度も均一で小さく、長寿命を達成できることを見出し、本発明を完成した。

【0010】本発明のAl-Ti合金ターゲット材においては、上記の如く相対密度が99%以上で、表面から底面まで連続する欠陥がないことが必要である。相対密度が99%未満になると、ターゲット材の中にマイクロボア等の粗な部分が現れ、ここが局部的に急速に減耗するので、蒸発成分に偏りが発生し、しかもターゲット材が短寿命になる。また表面から底面まで連続する欠陥は、同様に急速な局部的減耗の元になるのみならず、ターゲット材の強度劣化を招き、割れや欠陥の原因となる。

【0011】本発明のAl-Ti合金ターゲット材は、 $Al_x Ti_{1-x}$ ($0.3 \leq x \leq 0.75$) で示されるものであることが好ましい。即ち、本発明のAl-Ti合金ターゲット材を使用して、窒化膜や炭窒化膜を形成するに際して、上記の組成のターゲット材を使用したときに、膜の硬さがTiN膜よりも高くなって耐摩耗性が向上し、Al-Ti合金ターゲット材を使用する優位性が明確となる。またこうした観点からして、Al-Ti合金ターゲット材の組成（即ち、xの範囲）の更に好ましい範囲は、 $0.45 \leq x \leq 0.65$ である。

【0012】本発明のAl-Ti合金ターゲット材には、酸素、水素、塩素、銅、マグネシウム、鉄、マンガンの不純物が、製造時の雰囲気から或は原料から不可避免的に含まれてくる。このうち、酸素、水素および塩素の各含有量は、夫々0.3重量%以下、0.05重量%以下、0.2重量%以下であることが好ましい。これらの少なくともいずれかが、上記の値よりも多く含まれると、ガスとしてターゲット材から突発的に発生して放電状態を不安定にし、最悪の場合にはターゲット材そのものを損傷させることになる。

【0013】また銅およびマグネシウムの各含有量は、夫々0.05重量%以下、0.03重量%以下であることが好ましい。即ち、これらの金属元素は、Tiよりも蒸気圧が高く気化し易いので、上記の値よりも多く含まれると、ターゲット材製造時にターゲット材内部でガス化して欠陥を形成し、放電特性を悪くする。

【0014】更に、鉄およびマンガンの各含有量は、いずれも0.5重量%以下であることが好ましい。鉄やマンガンの含有量が0.5重量%を超えると、いずれかまたは双方の化合物量が増加してしまい、この化合物はマトリックスであるアルミ・チタンと電気伝導性・融点等が異なるので放電状態を不安定にする。

【0015】上記各不純物をできるだけ低減して、上記で規定する範囲内とする為の具体的手段としては、例えば原料粉の真空溶解や、清浄雰囲気での原料粉の配合・混合等の手段が挙げられる。

【0016】本発明のAl-Ti合金ターゲット材は、上記の如く相対密度が99.0~100%（即ち、空孔

率が1.0~0%)であり、且つ表面から底面まで連続する欠陥がないことを基本的な構成とするものであるが、その要求特性を更に向上させるという観点からすれば、半径0.3mm以上の空孔が存在しないものであることが好ましい。即ち、半径0.5mm以上の空孔はたとえ1個でも放電を停止させることが知られているが、本発明者らが検討したところによると、半径0.3mm以上の空孔が存在すると、放電が停止するに至らずとも不安定になることが分かった。

【0017】尚本発明のターゲット材においては、組成ができるだけ均一であることが好ましく、こうした観点からして組成上のばらつきも0.5原子%以内にあることが望ましい。この組成のばらつきは、マトリックスの均一性と関連し、不均一組成の部分は上記と同様に電気伝導性や融点等が異なり、放電状態を不安定にする。

【0018】本発明のAl-Ti合金ターゲット材は、特にアークイオンプレーティング用として最適である。即ち、高電流密度が用いられるアークイオンプレーティングでは、先に述べた様な不均一部分がターゲットに存在すると、ターゲット寿命が大きくばらつき、これがコストアップの原因になるが、本発明のAl-Ti合金ターゲット材では、アークイオンプレーティング法に用いても長寿命で寿命のばらつきも小さいものとなる。

【0019】ところで本発明のAl-Ti合金ターゲット材を製造するに当たっては、Al粉末とTi粉末を量比や粒径等を適切に調整し、例えばV型ミキサーによって均一に混合して混合粉末とし、これに熱間静水圧加圧処理(HIP処理)を施すことによって製造することができる。従来では、粉末冶金法によってターゲット材を製造するには、上記の様に混合粉末を用い、冷間静水圧加圧処理(CIP処理)した後ホットプレス処理(HP処理)するか、或はCIP処理した後HIP処理するのが一般的であるが、こうした方法では組成が不均一になり且つ高密度のターゲット材を得ることはできなかった。しかしながら、HIPによる上記の様な方法を採用することによって、希望する特性のターゲット材が得られるのである。

【0020】この様な方法としては、例えば同一出願人によって先に出願した方法が挙げられる(特開平8-120445号)。この方法は、100メッシュ以下のTi粉末と240メッシュ以下のAl粉末を混合したものを原料として用い、これを蛇腹カプセルに充填し、温度が500~600℃、圧力が700kgf/cm²以上の条件でHIP処理するものである。但し、本発明においては、ターゲット材を製造する方法について上記の方

法に限定されるものではなく、例えば超高压ホットプレス法等の他の方法であっても、本発明で規定する要件を満足するターゲット材を製造することができる。

【0021】尚Al-Ti合金ターゲット材を製造する方法としては、混合粉末を用いる上記の粉末冶金法その他、予め合金化した粉末を原料として用いる粉末冶金法や溶解法等が知られているが、前者の方法では、組成の均一性は優れるものの難焼結性であるので高密度ターゲットが得られにくく、後者の方法では、組成が比較的均一なターゲット材が得られるという利点があるものの、凝固時に割れや引け巣が発生し易く、いずれも本発明で規定する要件を満足するターゲット材を得ることはできない。

【0022】

【実施例】次に実施例を示すが、本発明はもとより下記実施例によって制限を受けるものではなく、前後記の趣旨に適合し得る範囲で適当に変更を加えて実施することも勿論可能であり、それらはいずれも本発明の技術的範囲に含まれる。

【0023】実施例1

240メッシュ以下のAl粉と100メッシュ以下のTi粉を所定量混合し、550℃、800kgf/cm²の圧力でHIP処理して組成の異なるAl-Ti合金ターゲット材を作成した。得られたターゲット材の放電特性を調べるため、外径:60mm×厚さ:20mmで、底面に外径:70mm×厚さ:2mmの固定用つばを、ターゲット材の削り出しによって或は銅製バックングプレートのろう付によって設けたターゲット材を製作し、アーク放電方式イオンプレーティング装置の水冷カソードに装着した。このとき装置内に基板としてシリコンウエハーを入れ、 5×10^{-7} Torrまで真空引きし、400℃に加熱した後、下記表1に示す種々のターゲットをアーク電流:150Aにて蒸発させると共に、反応ガスとしてN₂ガスまたはN₂/CH₄混合ガスを導入し、 7×10^{-3} Torrの雰囲気とし、且つ基板に-150Vの電位を印加して成膜した。

【0024】尚皮膜の組成を電子プローブX線マイクロアナリシスおよびオージェ電子分光法により求めたところ、いずれもターゲット材の組成と±1原子%の範囲内にあった。各ターゲット材を用いたときの放電状態を、ターゲット材の組成、相対密度、バックングプレートの有無、反応性ガスの種類、成膜速度および皮膜の耐摩耗性等と共に表1に示す。

【0025】

【表1】

No.	ターゲット組成	相対密度 (%)	バックイングプレート	放電状態	反応ガス	成膜速度 (Å/sec)	耐摩耗性	備考
1	Al _{0.5} Ti _{0.5}	99.8	無	良好	N ₂	25	○	実施例
2	Al _{0.5} Ti _{0.5}	99.2	無	良好	N ₂ /CH ₄	25	○	実施例
3	Al _{0.7} Ti _{0.3}	99.5	無	良好	N ₂	28	○	実施例
4	Al _{0.3} Ti _{0.7}	99.7	無	良好	N ₂ /CH ₄	24	○	実施例
5	Al _{0.6} Ti _{0.4}	99.5	無	良好	N ₂	28	○	実施例
6	Al _{0.8} Ti _{0.2}	99.5	無	良好	N ₂	23	△	実施例
7	Al _{0.5} Ti _{0.5}	98.8	無	連続した欠陥によって使用不可	—	—	—	比較例
8	Al _{0.5} Ti _{0.5}	98.8	有	不均一	N ₂	9	—	比較例
9	Al _{0.5} Ti _{0.5}	90.3	有	不均一	N ₂	7	—	比較例

【0026】表1から明らかな様に、相対密度が99.0%未満のターゲット材（No. 7～9）を用いた場合は、放電が不均一であったり使用不可であるのに対し、本発明で規定する要件を満足するターゲット材（No. 1～6）を用いた場合は、放電特性が良好で成膜速度も20 Å/sec以上と高いことが分かる。

【0027】実施例2

各種不純物の影響を調査するため、各不純物の量を変えたターゲット材を実施例1と同様の方法で作成し、得られたターゲット材の放電特性を調べた。このとき反応ガ

スとしてN₂ ガスだけを導入する以外は、実施例1と同様の条件で、アーク放電方式イオンプレーティングを実施した。各ターゲット材を用いたときの放電状態を、ターゲット材の組成と共に下記表2～4に示す。尚下記表2は酸素、水素および塩素の量を、表3は銅とアグネシウムを、表5は鉄とマンガン、を、夫々調整したときの結果を示したものである。またこのとき用いた各ターゲット材は、いずれも相対密度が99%以上のものである。

【0028】

【表2】

No.	ターゲット組成 (重量%)							放電特性
	Al	Ti	H	O	Cl	Fe	Mn	
1	40.73	57.99	0.03	0.45	0.06	0.30	0.44	良好
2	56.22	42.80	0.04	0.22	0.14	0.24	0.34	良好
3	19.88	79.01	0.01	0.37	0.20	0.35	0.18	良好
4	45.54	53.91	0.02	0.10	0.03	0.32	0.08	良好
5	35.09	64.16	0.03	0.51	0.02	0.19	0.00	やや不均一
6	56.31	42.85	0.06	0.28	0.18	0.28	0.06	やや不均一
7	19.24	79.68	0.02	0.31	0.22	0.18	0.35	やや不均一
8	46.40	52.63	0.05	0.62	0.03	0.04	0.23	少し損傷あり

【0029】

【表3】

No.	ターゲット組成 (重量%)									放電特性
	Al	Ti	H	O	Cl	Mg	Cu	Fe	Mn	
1	35.79	63.54	0.00	0.05	0.08	0.022	0.032	0.39	0.10	良好
2	35.76	63.48	0.03	0.36	0.10	0.010	0.014	0.05	0.21	良好
3	56.12	42.71	0.05	0.30	0.11	0.008	0.041	0.39	0.28	良好
4	56.00	42.61	0.01	0.32	0.15	0.029	0.042	0.44	0.40	良好
5	19.20	79.56	0.04	0.41	0.03	0.025	0.029	0.21	0.49	良好
6	19.30	79.96	0.01	0.07	0.07	0.030	0.010	0.48	0.07	良好
7	45.26	53.57	0.02	0.41	0.19	0.007	0.007	0.19	0.34	良好
8	45.45	53.80	0.00	0.39	0.12	0.007	0.045	0.03	0.16	良好
9	35.77	63.51	0.04	0.04	0.08	0.039	0.036	0.20	0.29	やや不均一
10	35.65	63.29	0.04	0.36	0.16	0.018	0.052	0.17	0.27	やや不均一
11	56.07	42.65	0.01	0.47	0.03	0.055	0.015	0.36	0.34	やや不均一
12	56.27	42.81	0.03	0.31	0.14	0.007	0.073	0.34	0.02	やや不均一
13	19.40	80.36	0.03	0.09	0.04	0.031	0.017	0.03	0.01	やや不均一
14	19.23	79.67	0.02	0.17	0.03	0.012	0.075	0.34	0.45	やや不均一
15	45.21	53.50	0.05	0.41	0.13	0.056	0.008	0.43	0.21	やや不均一
16	45.46	53.81	0.01	0.06	0.16	0.018	0.057	0.05	0.38	やや不均一

【0030】

【表4】

No.	ターゲット組成 (重量%)									放電特性
	Al	Ti	H	O	Cl	Mg	Cu	Fe	Mn	
1	35.79	63.54	0.00	0.05	0.08	0.022	0.032	0.39	0.10	良好
2	35.76	63.48	0.03	0.35	0.10	0.010	0.014	0.05	0.21	良好
3	56.12	42.71	0.05	0.30	0.11	0.008	0.041	0.39	0.28	良好
4	56.00	42.61	0.01	0.32	0.15	0.029	0.042	0.44	0.40	良好
5	19.20	79.56	0.04	0.41	0.03	0.025	0.029	0.21	0.49	良好
6	19.30	79.96	0.01	0.07	0.07	0.030	0.010	0.48	0.07	良好
7	45.26	53.57	0.02	0.41	0.19	0.007	0.007	0.19	0.34	良好
8	45.45	53.80	0.00	0.39	0.12	0.007	0.045	0.03	0.16	良好
9	35.44	62.93	0.01	0.46	0.16	0.050	0.030	0.22	0.70	やや不均一
10	35.57	63.16	0.04	0.12	0.19	0.007	0.061	0.51	0.34	やや不均一
11	56.07	42.66	0.03	0.27	0.13	0.042	0.022	0.21	0.56	やや不均一
12	56.20	42.76	0.00	0.10	0.13	0.019	0.059	0.52	0.21	やや不均一
13	19.19	79.48	0.00	0.22	0.18	0.056	0.033	0.33	0.51	やや不均一
14	19.20	79.54	0.01	0.12	0.09	0.018	0.077	0.68	0.27	やや不均一
15	44.80	53.04	0.02	0.43	0.12	0.043	0.028	0.49	1.03	やや不均一
16	45.27	53.58	0.04	0.20	0.01	0.021	0.051	0.60	0.22	やや不均一

【0031】これらの結果から明らかな様に、上記の各種不純物を適切に低減することは、ターゲット材の放電特性を良好にする上で極めて有効であることが分かる。

【0032】

【発明の効果】本発明は以上の様に構成されており、安

定した放電特性が得られ、効率良く成膜することができ、Al-Ti合金ターゲットが実現できた。またこのターゲット材は、上記特性によってその寿命も長いものとなる。

フロントページの続き

(72)発明者 田中 裕介
兵庫県明石市魚住町金ヶ崎西大池179番
1 株式会社神戸製鋼所 明石工場内

(72)発明者 和田 恭典
兵庫県明石市魚住町金ヶ崎西大池179番
1 株式会社神戸製鋼所 明石工場内

(72)発明者 吉川 一男
兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号
株式会社神戸製鋼所 神戸総合技術研究所内

(72)発明者 内田 博幸
兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号
株式会社神戸製鋼所 神戸総合技術研究所内

(72)発明者 古賀 保行
兵庫県神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号
株式会社神戸製鋼所 神戸本社内

(72)発明者 大西 泰司
兵庫県明石市魚住町金ヶ崎西大池179番
1 株式会社神戸製鋼所 明石工場内

(56)参考文献 特開 平4-268074 (JP, A)
特開 平4-9466 (JP, A)
特開 平1-104769 (JP, A)
特公 平4-75301 (JP, B2)
H. Freller and H. Haessler, "Ti-Al-N Films Deposited by Ion Plating with an Arc Evaporator", Thin Solid Films, (1987), 153, p. 67-74

(58)調査した分野(Int.Cl.⁶, DB名)
C23C 14/00 - 14/58